CAS-Eintrag für DE 3401500 A1

```
L4 ANSWER 1 OF 1 HCAPLUS COPYRIGHT 1999 ACS
```

AN 1985:597308 HCAPLUS

DN 103:197308

TI Printing on synthetic fibers

IN Blum, Adolf; Grund, Norbert; Schreiner, Siegfried; Treiber, Gert; Zimmermann, Norbert

PA BASF A.-G., Fed. Rep. Ger.

SO Ger. Offen., 17 pp.

CODEN: GWXXBX

DT Patent

LA German

IC ICM D06P005-15

CC 40-6 (Textiles)

FAN. CNT 1

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO. DATE	B
PI (DE 3401500)	A1	19850725	DE 1984-3401500 1984	0118 <
EP 150405	A2	19850807	EP 1984-115523 1984	11215
EP 150405	A3	19870204		
EP 150405	B1	19890607		
R: CH, DE,	FR, IT	, LI		
PRAT DE 1984-3401500	19840	118		

GI

- Polyester, acetate, or polyamide fibers or their blends are printed with disperse dyes using a discharging compn. contg. the acids I (R = H, C1-4 alkyl, carboxyalkyl; R1 = H, Me, MeO, NRH; M = alkali metal or NH4; n = 0-2) 5-100, hydroxyalkanesulfinates 5-95, H2O-insol. 1-hydroxyalkanesulfinates 5-90, and reducing carbohydrates 0-50 parts. Thus, a polyester textile was printed with a mixt. of 3 azo disperse dyes giving a black ground, overprinted with a paste contg. HN(CH2SO2Na)2 [23714-13-8] 4, Na anthranilate [552-37-4] 2.5, NaSCN 5.0, (HOCH2SO2)2Ca [22374-97-6] 4.5, and yellow dye 200 parts, dried, and steamed to give a clear yellow print with sharp contours on a black ground.
- ST discharge printing textile paste; polyamide fiber discharge printing; acetate fiber discharge printing; polyester fiber discharge printing; anthranilate discharging printing paste; sulfinate discharging printing paste; hydroxymethanesulfinate discharging printing
- IT Acetate fibers, uses and miscellaneous Polyamide fibers, uses and miscellaneous Polyester fibers, uses and miscellaneous RL: USES (Uses)

(discharge printing of, pastes for)

IT Textile printing

(discharge, on synthetic fibers, with disperse dyes, discharge pastes for)

IT 99108-31-3 99108-32-4

RL: USES (Uses)

(dicharging agents, for synthetic fibers printed with disperse dyes)

IT 50-99-7, uses and miscellaneous 540-72-7 552-37-4 870-72-4 1762-95-4 10265-69-7 22374-97-6 23714-13-8 99108-30-2 RL: USES (Uses)

(discharging agents, in printing of synthetic fibers with dispersed dyes)

- 19 BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**
- **® Offenlegungsschrift** ⊕ DE 3401500 A1
- (5) Int. Cl. 4: D 06 P 5/15



DEUTSCHES **PATENTAMT**

- P 34 01 500.0 ② Aktenzeichen: Anmeldetag: 18. 1.84 (43) Offenlegungstag:
 - 25. 7.85

(7) Anmelder:

BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

② Erfinder:

Blum, Adolf; Grund, Norbert, Dr.; Schreiner, Siegfried, Dr., 6700 Ludwigshafen, DE; Treiber, Gert, Dr., 8520 Worms, DE; Zimmermann, Norbert, 8701 Waldsee, DE

(S) Verfahren zum Bedrucken von Synthesefasern

Verfahren zum Bedrucken von Synthesefasern aus Polyester, Triacetat, Acetat und Polyamid sowie deren Mischungen untereinander mit Dispersionsfarbs offen nach dem Ätz- oder Ätzreserveverfahren, bei dem man als Ätzmittel eine Mischung aus

a) 5 bis 100 Gew.-Teilen mindestens einer Verbindung der Formel

$$R^{2} \xrightarrow{\text{(COOM)}_{n}} R^{1} \qquad \text{(I),}$$

und/oder eines Alkali- oder Ammoniumthiocyanats, b) 5 bis 95 Gew.-Teilen eines Alkali- oder Ammoniumhydroximethansulfinats, Alkali- oder Ammoniumhydroxiethansulfinats oder eines Ammoniakderivates, das mindestens einmal den Rest eines Alkali- oder Ammoniumsalzes der Methan-oder Ethansulfinsäure aufweist,

c) 5 bis 90 Gew.-Teilen eines wasserunlöslichen Erdalkalisalzes einer Verbindung der Formel

in der R = H oder C₁-bis C₃-Alkyl ist und d) 0 bis 50 Gew.-Teilen eines reduzierend wirkenden Kohlenhydrats, verwendet.

Patentansprüche

20

25

30

40

- 1. Verfahren zum Bedrucken von Synthesefasern aus Polyester, Triacetat,
 Acetat und Polyamid sowie deren Mischungen untereinander mit Dispersionsfarbstoffen nach dem Atz- oder Atzreserveverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß man als Atzmittel eine Mischung aus
 - a) 5 bis 100 Gew.-Teilen mindestens einer Verbindung der Formel

10 $R^{2} \stackrel{\text{(COOM)}_{n}}{\longrightarrow} R^{1}$ (I)

15 und/oder eines Alkali- oder Ammoniumthiocyanats, wobei in Formel I

 R^1 Wasserstoff, C_1 -bis C_4 -Alkyl oder C_1 -bis C_4 -Alkylen-COOM, R^2 Wasserstoff, Methyl, Methoxy oder $-N \subset R$,

M ein Alkali- oder Ammoniumkation und

n C, 1 oder 2 bedeutet,

- b) 5 bis 95 Gew.-Teilen eines Alkali- oder Ammoniumhydroximethansulfinats, Alkali- oder Ammoniumhydroxiethansulfinats oder eines Ammoniakderivates, das mindestens einmal den Rest eines Alkalioder Ammoniumsalzes der Methan- oder Ethansulfinsäure aufweist,
- c) 5 bis 90 Gew.-Teilen eines wasserunlöslichen Erdalkalisalzes einer Verbindung der Formel

R C OH SO₂H

35 in der R für H oder eine C₁- bis C₃-Alkylgruppe steht und

d) 0 bis 50 Gew.-Teilen eines reduzierend wirkenden Kohlenhydrats, verwendet.

539/83 Kg/HB 17.01.1984

(. 4

BASF Aktiengesellschaft



o.z. 0050/36914

3401500

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Xtzmittel als Komponente a) ein Alkali- oder Ammoniumsalz der Anthranilsäure und/oder des Phenylglycins enthält.
- 05 3. Verfahren nach Anspruch 1, <u>dadurch gekennzeichnet</u>, daß das Xtzmittel als Komponente a) ein Alkali- oder Ammoniumsalz der Thiocyansäure enthält.
- 4. Verfahren nach Anspruch 1, <u>dadurch gekennzeichnet</u>, daß das Ktzmittel

 10 als Komponente a) eine Mischung aus einem Alkali- oder Ammoniumsalz
 der Thiocyansäure mit einem Alkali- oder Ammoniumsalz der Anthranilsäure und/oder des Phenylglycins enthält.
- 5. Verfahren nach Anspruch 1, <u>dadurch gekennzeichnet</u>, daß das Xtzmittel
 15 als Komponente b) ein Alkali- oder Ammoniumsalz der Anthranilo-N-methansulfinsäure oder der N-Phenylglycino-N-methansulfinsäure enthält.
- 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Ätzmittel
 20 als Komponente b) eine Mischung aus einem Alkali- oder Ammoniumsalz
 der Thiocyansäure mit einem Alkali- oder Ammoniumsalz der Anthranilo-N-methansulfinsäure oder der N-Phenylglycino-N-methansulfinsäure
 enthält.
- 25 7. Verfahren nach Anspruch 1, <u>dadurch gekennzeichnet</u>, daß das Ätzmittel als Komponente b) ein Alkali- oder Ammoniumhydroximethansulfinat, ein Alkali- oder Ammoniumsalz der Aminomethansulfinsäure, der Iminomethandisulfinsäure oder der Nitrolomethantrisulfinsäure enthält.

6.Z. 0050/36914

3401500

Verfahren zum Bedrucken von Synthesefasern

Bei den bisher bekannten Verfahren zum Bedrucken von Synthesefasern mit Dispersionsfarbstoffen nach dem Atz- oder Atzreserveverfahren werden zu-05 meist Atzmittel eingesetzt, die Reduktionsmittel enthalten. z.B. gemäß DE-PS 2 753 696, eine Mischung aus einem Ammoniakderivat, das mindestens einmal den Rest eines Alkalimetall- oder Ammoniumsalzes der Methansulfinsaure aufweist und Glucose sowie nach dem Verfahren der DE-OS 31 06 036 eine Mischung aus Alkali- oder Ammoniumsalzen der Hydroximethansulfin-10 säure und Hexamethylentetramin. Für die Fondfärbung werden reduzierbare Farbstoffe verwendet, die durch die Ätzmittel möglichst vollständig zerstört werden sollen. Zur Erzielung von Bunteffekten verwendet man nicht reduzierbare Farbstoffe, die vom Atzmittel nicht angegriffen werden dürfen.

15 Die bei den bekannten Verfahren zumeist verwendeten reduzierenden Atzmittel weisen jedoch manchmal noch Nachteile auf. So beobachtet man in einigen Fällen eine Zerstörung der sogenannten "ätzbeständigen" Illuminationsfarbstoffe durch starke Reduktionsmittel, während andererseits beim Ein-20 satz schwächerer Reduktionsmittel, besonders bei tief gefärbten Fonds, die Fondfarbstoffe nicht vollständig zerstört werden. Dadurch kommt es zu trüben Drucken. Vielfach weisen auch die ätzmittelhaltigen Druckpasten infolge eines vorzeitigen Zerfalls des Reduktionsmittels und/oder teil-

weise Zerstörung des sogenannten "ätzbeständigen" Illuminationsfarbstoffs 25 eine umgenügende Stabilität auf.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Bedrucken von Synthesefasern aus Polyester, Triacetat, Acetat und Polyacetat sowie deren Mischungen untereinander mit Dispersionsfarbstoffen nach dem Atz-30 oder Atzreserveverfahren zur Verfügung zu stellen, bei dem man auf stabilere ätzmittelhaltige Druckpasten zurückgreifen kann und bei dem man auch auf tiefgefärbtem Fond klarere Nuancen der Illuminatio.sfarbstoffe erzielt als es mit den bekannten Verfahren möglich ist.

- 35 Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man als Xtzmittel eine Mischung aus
 - 5 bis 100 Gew.-Teilen mindestens einer Verbindung der Formel

$$\begin{array}{c}
(COOM)_{n} \\
R^{2} \\
N \\
H
\end{array}$$
(I),

und/oder eines Alkali- oder Ammoniumthiocyanats, wobei in Formel I

 R^1 Wasserstoff, C_1 -bis C_4 -Alkyl oder C_1 - C_4 -Alkylen-COOM,

R² Wasserstoff, Methyl, Methoxy oder -N-R,

M ein Alkali- oder Ammoniumkation und

n 0, 1 oder 2 bedeutet,

- b) 5 bis 95 Gew.-Teile eines Alkali- oder Ammoniumhydroximethansulfinats, Alkali- oder Ammoniumhydroxiethansulfinats oder eines Ammoniakderivats, das mindestens einmal den Rest eines Alkali- oder Ammoniumsalzes der Methan- oder Ethansulfinsäure aufweist,
 - c) 5 bis 90 Gew.-Teile eines wasserunlöslichen Erdalkalisalzes einer Verbindung der Formel

R C OH

in der R für H oder eine C₁- bis C₃-Alkylgruppe steht und

d) 0 bis 50 Gew.-Teile eines reduzierend wirkenden Kohlenhydrats,

verwendet.

05

15

25 Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren bedruckt man Textilgut, z.B. Gewebe oder Gewirke aus Polyester, Cellulosetriacetat, Celluloseacetat und Polyamid oder deren Mischungen. Textilien aus den genannten Materialien sind im Handel erhältlich. Das Ätzreserveverfahren kann beispielsweise so 30 durchgeführt werden, daß man das Textilgut zunächst mit einer Flotte klotzt, die einen ätzbaren Dispersionsfarbstoff enthält. Anstelle des Klotzens kann man das Textilgut auch mit einer Druckpaste bedrucken, die einen ätzbaren Dispersionsfarbstoff und ein synthetisches oder natürliches Verdickungsmittel enthält. Das Textilgut wird dann unter solchen 35 Bedingungen getrocknet, daß die Farbstoffe woch nicht fixiert werden. Dann bedruckt man es mit einer Mischung aus einem ätzbeständigen Dispersionsfarbstoff und der Atzmittelmischung und trocknet es. Anschliessend werden die Farostoffe fixiert, z.B. durch Thermosolieren oder Erhitzen des Textilguts in einer Heißdampfatmosphäre. Unter diesen Bedingungen 40 wird der ätzbare Farbstoff an den Stellen zerstört, auf die die Mischung aus dem ätzbeständigen Farbstoff und dem Ätzmittel aufgedruckt wurde.

Diese Verfahrensweise bezef met man als Atzreserve, weil der Fond der

Ware zwar gefärbt, der Farbstoff jedoch noch nicht fixiert ist.

3401500

Eine Variante des Atzreserveverfahrens besteht darin, daß man die Mischung aus ätzbeständigem Farbstoff und Ätzmittel auf das Textilgut aufdruckt und direkt im Anschluß daran den ätzbaren Farbstoff vollflächig überdruckt und das Material dann trocknet und die Farbstoffe fixiert. 05 Beim Atzen wird dagegen ein bereits auf dem Gewebe fixierter ätzbarer Farbstoff mit der Ätzmittelmischung mustergemäß geätzt. Bei allen Verfahrensvarianten ist auch ein Weißätzen möglich, d.h. es wird in diesem Fall eine Druckpaste verwendet, die zwar die Atzmittelmischung, jedoch keinen Parbstoff enthält.

10 Die Färbungen können bei Polyester sowohl unter Verwendung von Carriern durchgeführt werden, als auch unter Hochtemperaturbedingungen, z.B. Färben unter Druck in wäßriger Flotte bei 120°C. Die bei Polyester erforderliche reduktive Nachreinigung erfolgt nach dem Drucken und Fixieren, d.h. 15 in einem Arbeitsgang werden der Fond und die zur Illumination bedruckten Stellen reduktiv gereinigt. Der Vorteil der Färbungen liegt in einer besseren Egalität des Fonds, was dann besonders wichtig ist, wenn musterbedingt nur vereinzelt kleine Flächen geätzt werden sollen. Vor allem bei Wirkware und sehr leichten Geweben ergibt die Vorfärbung qualitative Vor-20 teile. Synthesefasern aus Acetat oder Polyamid bzw. deren Mischungen werden bei einer Temperatur von 85°C gefärbt. Für das erfindungsgemäße Verfahren kommen ausschließlich Dispersionsfarbstoffe in Betracht. Geeignete Farbstoffe dieser Art können dem Color-Index entnommen werden. Atzbare Dispersionsfarbstoffe sind solche, die vom Atzmittel in Produkte zersetzt 25 werden, die im allgemeinen den Weißfond oder die bunte Illumination der Ware nicht beeinträchtigen. Durch reduzierend wirkende Ätzmittel ätzbare Dispersionsfarbstoffe gehören zumeist zur Gruppe der Azofarbstoffe. Lediglich beispielhaft seien der gelba Dispersionsfarbstoff CI 11855 und die roten Dispersionsfarbstoffe CI 11150 und CI 11115 genennt. Die ätzbestän-30 digen Farbstoffe sind hauptsächlich Dispersionsfarbstoffe auf Basis von Anthrachinonabkömmlingen. Sie sind gegenüber den Atzmitteln beständig. Geeignete ätzbeständige Dispersionsfarbstoffe sind im Colour-Index angegeben. Einige davon seien im folgenden beispielhaft genannt:

35 Gelber Dispersionsfarbstoff CI 58900 und CI 47023, orangefarbener Dispersionsfarbstoff CI 60700, roter Dispersionsfarbstoff CI 60755, CI 62015 und CI 60756, violetter Dispersionsfarbstoff CI 61105 und blauer Dispersionsfarbstoff CI 61500, CI 62500 und CI 63285

Die Atzmittelmischung enthält als Komponente a) mindestens eine Verbindung der Formel I oder ein Alkali- oder Ammoniumthiocyanat. Die Verbindungen der Formel I sind bekannte, zum Teil sogar großtechnische Produkte.

BASF Aktiengesellscheft

0.Z. 0050/36914

Bevorzugte Verbindungen der Formel I sind die Natrium, Kalium oder Aumoniumsalze der Anthranilskure und des Phenylglycins.

Als Ammoniakderivate, die mindestens einmal den Rest eines Alkali- oder 05 Ammoniumsalzes der Methan- oder Ethansulfinsäure enthalten, verwendet man Verbindungen der Formel

$$\begin{array}{c}
R^{4} \xrightarrow{\text{CCOM}}_{n} \\
N \xrightarrow{\text{CHSO}_{2}M} \\
R^{3}
\end{array}$$
(II),

10

Ser out

No. of Street, or

.

THE PARTY OF THE P

in der

Wasserstoff, C1- bis C4-Alkyl oder C1-C4-Alkylen-COOM, R^1

Wasserstoff, Methyl, Methoxy oder -N(R), 15 R²

Wasserstoff oder Methyl,

Wasserstoff, Methyl, Methoxy, -N oder -N CHSO₂M

20

ein Alkali- oder Ammoniumkation und Y

0, 1 oder 2

bedeutet.

25

Verbindungen der Formel II sind z.B. aus der DE-PS 1 104 484 bekannt. Sie lasse, sich nach bekannten Methoden herstellen, so z.B. durch Umsetzung der Verbindungen der Formeln I mit Natriumhydroximethansulfinat.

30 Die Xtzmittelmischung enthält als Komponente b) beispielsweise ein Alkali- oder Ammoniumsalz der Anthranilo-N-methansulfinsäure oder der N-Phenylglycino-N-methansulfinsäure (Verbindungen der Formel II). Als Alkalisalze verwendet man in der Praxis die Natrium- und Kaliumsalze. Es ist selbstverständlich auch möglich, Mischungen aus Natrium- und Kalium-35 salzen oder aus Natrium- und Ammoniumsalzen der Verbindungen der Formeln I, II und der Thiocyansäure einzusetzen.

Die Atzmittelmischung kann als Komponente b) auch ein wasserlösliches Hydroximethan- oder Hydroxiethansulfinat enthalten. Solche Verbindungen kön-40 nen beispielsweise mit Hilfe der Formel

BASF Aktiengesellschaft

0.Z. 0050/36914

3401500

in der R⁵ = H, CH₃ und Me = Na, K, NH₄ oder eine alkylsubstituierte Ammoniumgruppe bedeutet, charakterisiert werden. Geeignete Reduktiousmittel sind außerdem Ammoniakderivate, die mindestens einmal den Rest eines Alkalimetall- oder Ammoniumsalzes der Methansulfinsäure oder der Ethansulfinsäure enthalten. Verbindungen dieser Art erhält man, indem man eines oder mehrere der an ein Stickstoffatom gebundenen Wasserstoffatome des Ammoniaks oder von Derivaten des Ammoniaks, beispielsweise von primären oder sekundären aliphatischen Aminen, z.B. Mono- oder Diaminen wie Methylamin, Dimethylamin, Isopropylamin, n-Butylamin oder Ethylendiamin, des Hydrazins oder des Harnstoffs durch den Rest der allgemeinen Formel

-CH2SO2Me

IV,

in der Me = Alkalimetall oder eine Ammoniumgruppierung bedeutet, ersetzt.

15 Diese Ammoniakderivate werden in bekannter Weise dadurch hergestellt, daß man Ammoniak oder dessen Derivate, die mindestens ein an Stickstoff gebundenes Wasserstoffatom tragen, mit Alkalimetall- oder Ammoniumsalzen der Hydroxymethansulfinsäure bzw. der Hydroxyethansulfinsäure (Verbindungen der Formel III) umsetzt. Diese Reaktion verläuft unter Abspaltung von Wasser. Vorzugsweise verwendet man die Natrium- und Kalisalze der Ammoniakderivate der Methansulfinsäure, z.B. iminodimethansulfinsaures Natrium, das die Formel

HN(CH2SO2Na)2

25

hat und durch Umsetzung von Ammoniak mit hydroxymethansulfinsaurem Natrium im Molverhältnis 1:2 hergestellt wird und die Verbindung der Formel

H2NCH2SO2Na,

die durch Umsetzung von Ammoniak mit dem Natriumsalz der Hydroxymethansulfinsäure im Molverhältnis 1:1 erhalten wird.

35 Als Komponente b) kann man auch Mischungen der unterschiedlichen wasserlöslichen sulfinsäuregruppenhaltigen Verbindungen einsetzen, sowie auch
insbesondere die Verbindungen der Formel II zusammen mit einem Salz der
Thiocyansäure verwenden, z.B. Mischungen aus einem Alkali- oder Ammoniumsalz der Thiocyansäure mit einem Alkali- oder Ammoniumsalz der Anthrani10-N-methansulfinsäure oder der N-Phenylglycino-N-methansulfinsäure. Von
den wasserlöslichen Verbindungen lösen sich mindestens 100 g pro Liter
Wasser bei einer Temperatur von 20°C.

0.z. 0050/36914

BASF Akriengesellschaft

20

3401500

Als Komponente c) des erfindungsgemäß zu verwendenden Atzmittels werden wasserunlösliche Erdalkalisalze von Verbindungen der Formel

o5 R C OH SO₂H

in der R für H oder eine C₁- bis C₃-Alkylgruppe steht, eingesetzt. Wasserunlöslich bedeutet im vorliegenden Fall, daß sich weniger als 2,5 g des

10 Erdalkalisalzes in l Liter Wasser bei einer Temperatur von 20°C auflösen
lassen. Vorzugsweise verwendet man die Calciumsalze der Sulfinsäure, d.h.
die Calciumsalze der Hydroxymethansulfinsäure, Hydroxyethansulfinsäure,
Hydroxypropansulfinsäure oder Hydroxylbutansulfinsäure. Es ist selbstverständlich auch möglich, Mischungen der Erdalkalisalze einzusetzen, z.B.

15 Mischungen aus den Calciumsalzen der Hydroxymethansulfinsäure und der
Hydroxyethansulfinsäure oder Mischungen aus dem Calciumsalz der Hydroxymethansulfinsäure und dem Bariumsalz der Hydroxymethansulfinsäure und dem
Bariumsalz der Hydroxyethansulfinsäure.

Die wasserumlöslichen Erdalkalisalze der Komponente c) der Atzmittelmischung können durch Mahlen (Trocken- und vorzugsweise Naßvermahlung in Gegenwart eines Dispergiermittels) und gegebenenfalls Sieben des Mahlguts in eine fein verteilte Form gebracht werden. Die Teilchengröße der wasserunlöslichen Salze liegt vorzugsweise unterhalb der lichten Weite der Siebe der Druckschablonen, also unterhalb von 0,15 mm, vorzugsweise in dem Bereich von 0,01 bis 0,15 mm.

Als Komponente d) des erfindungsgemäß verwendeten Ätzmittels werden Kohlenhydrate oder deren Derivate eingesetzt. In Betracht kommen als Kohlenhydrate vor allem Mono- oder Disaccharide und als Kohlenhydratderivate
insbesondere Ascorbinsäure. Bei den Monosacchariden handelt es sich z.B.
um Tetrosen, wie Erythrose, vor allem um Pentosen, wie Xylose, Arabinose,
Ribose und insbesondere um Hexosen, wie Glucose, Fructose, Sorbose, Gulose, Rhamnose, Galactose, Mannose und Fucose. Als Disaccharide kommen
vor allem Lactose, Maltose, Cellobiose und reduzierende Dextrinarten in Betracht. Glucose, sowohl 1-Glucose wie d-Glucose, auch Dextrose genannt,
d-Fructose, Lactose, Maltose, Cellobiose, Dextrin und Ascorbinsäure sowie
deren Gemisch sind bevorzugt. Im Vordergrund des Interesses stehen Ascorbinsäure, Fructose und insbesondere Glucose sowie deren Gemische, z.B.
aus Fructose und Glucose.

BASF Aktiengesellschaft

3401500

Die Druckpaste, mit der die Atzmittelmischung auf das textile Material aufgedruckt wird, enthält in der Regel zur Einstellung der Viskosität Verdickungsmittel. Vorzugsweise verwendet man natürliche Verdickungsmittel, wie Kernmehlether, Stärke-Tragant-Verdickungen und Alginate.

05

1000 Gew.-Teile der ätzmittelhaltigen Druckpaste enthalten 10 bis 400 Gew.-Teile der Atzmittelmischung md 20 bis 100 Gew.-Teile des natürlichen Verdickungsmittels. Es ist jedoch auch möglich, synthetische Verdickungsmittel, die bekanntlich elektrolytempfindlich sind, zu verwenden, 10 jedoch benötigt man hierbei wegen des Elektrolytgehalts der Atzdruckpaste in der Regel höhere Mengen als sonst üblich. Geeignete synthetische Verdickungsmittel sind beispielsweise hochmolekulare Polycarbonsäuren, 2.B. Polyacrylsäure, mit Vernetzungsmitteln vernetzte Polyacrylsäure sowie Copolymerisate aus Ethylen und Acrylsäure oder Copolymerisate aus Styrol 15 oder Ethylen und Maleinsäureanhydrid. Die synthetischen Verdickungsmittel entfalten ihre Wirksamkeit im pH-Bereich oberhalb 6. Man kann auch Mischungen aus natürlichen und synthetischen Verdickungsmitteln einsetzen. 1000 Gew.-Teile der Druckpasten enthalten 0,5 bis 50 Gew.-Teile eines Dispersionsfarbstoffs oder einer Mischung von Dispersionsfarbstoffen.

20

Die Druckpasten, die das Ätzmittel enthalten, können außerdem weitere Zusätze aufweisen, z.B. Schaumdämpfer, Fixiermittel, Harnstoff, Xtzhilfsmittel, wie z.B. Anthrachinon, Lösungsmittel, wie z.B. Biscyanethylformamid, Thiodiglycol, Glycerin oder Polyalkylenglycole oder Substanzen, die 25 entweder bereits in der Druckpaste einen alkalischen pH-Wert erzeugen, wie z.B. Alkalihydroxide, Alkalicarbonate oder Hydrogencarbonate, Ammoniak, Triethanolamin oder Urotropin oder Alkalispender, d.h. Mittel, die beim Fixierprozeß Alkali freisetzen, wie z.B. das Natriumsalz der Trichloressigsäure. Der pH-Wert der ätzmittelhaltigen Druckpasten liegt üb-30 licherweise zwischen 7,5 und 13, vorzugsweise zwischen 8 und 12,5.

Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich dadurch aus, daß selbst beim Aufdruck einer geringen Menge eines ätzbeständigen Farbstoffs zusammen mit dem Atzmittel auf einen tiefgefärbten Fond klarere Nuancen des Illu-35 minationsfarbstoffs erhalten werden, als dies bisher der Fall war. Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhält man ausserdem konturenscharfe Drucke. Die bedruckten Fasermaterialien, insbesondere Polyester, erleiden keine oder nur eine geringfügige Faserschädigung.

40 Die in den Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile, die Angaben in Prozent beziehen sich, falls nicht anders angegeben, auf das Gewicht der Stoffe.

BASF Aktiengesellschaft



o.z. 0050/36914

3401500

Beispiel 1

Ein Gewebe aus Polyester wird mit einer Flotte geklotzt, die folgende Bestandteile enthält:

05

100 g/l des Farbstoffs der Formel

10
$$C_2^{H_5}$$
 $C_2^{H_4}COOCH_3$

5 g/l des Farbstoffs der Formel

15

$$N = N \longrightarrow N = N \longrightarrow OH$$

20

15 g/1 des Farbstoffs der Formel

2 g/l eines Copolymerisats aus 75 % Acrylsäure und 25 % Acrylamid, das teilweise mit Natronlauge neutralisiert ist,

30 3 g/l Alginat und

10 g/l des Natriumsalzes von Nitrobenzolsulfonsäure.

Der pH-Wert der Klotzflotte wird mit Weinsäure auf 5,5 eingestellt. Die Flottenaufnahme beträgt 90 %. Nach dem Klotzen wird das Gewebe bei einer Temperatur in dem Bereich von 90 bis 100°C getrocknet und danach mit einer Druckpaste bedruckt, die folgende Zusammensetzung aufweist:

BAST Aktiengesellschaft

o.z. 0050/36914

3401500

250 g Kernmehletherverdickung 8 Zig in Wasser

250 g Stärkeetherverdickung 10 %ig in Wasser

40 g Iminodimethansulfinsaures Natrium

25 g Natriumsalz der Anthranilsäure

05 50 g Natriumthiocyanat

45 g Calciumhydroxymethansulfinat (Teilchendurchmesser <0,02 mm)

60 g Harnstoff

15 g Ölsäurediethanolamid

70 g Polyethylenglykol eines Molekulargewichts von 300

10 10 g m-nitrobenzolsulfonsaures Natrium

20 g des gelben Farbstoffs CI 47023

165 g Wasser

1000 g

15 Das bedruckte Material wird getrocknet und anschließend 10 Minuten bei einer Temperatur von 170°C mit überhitztem Dampf unter Normaldruck behandelt. Danach wird das Material wie üblich gespült und reduktiv gereinigt. Man erhält einen gelben Druck auf schwarzem Grund. Der Druck zeichnet sich durch einen klaren Farbton und scharfe Konturen aus.

20

Beispiel 2

Ein Gewebe aus Polyester wird, wie in Beispiel l beschrieben, mit einer Flotte geklotzt, die

25

30

50 g/l des blauen Farbstoffs der Formel

$$\begin{array}{c|c}
 & & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & &$$

5 g/l des gelben Farbstoffs der Formel

$$N = N \qquad OH \qquad CH_3$$

und

45 g/l des braunen Farbstoffs der Formel

os
$$C_{2}^{N} = N = N$$

$$C_{2}^{H_{4}OH}$$

$$C_{2}^{H_{4}OH}$$

enthält.

10

Nach dem Trocknen bei 90 bis 100°C wird das so behandelte Gewebe mit einer Druckpaste bedruckt, die folgende Zusammensetzung aufweist:

450 g Kernmehletherverdickung 8 %

15 15 g Hydroximethansulfinsaures Natrium

50 g Calciumhydroximethansulfinat (Teilchendurchmesser < 0,04 mm)

35 g Ammoniumthiocyanat

25 g Soda

40 g Natriumsalz des Phenylglycins

20 10 g Glucose

30 g Polyethylenglykol (MG 300)

35 g Harnstoff

10 g ölsäurediethanolamid

5 g Hexamethylentetramin

25 20 g m-nitrobenzolsulfonsaures Natrium

5 g des blauen Dispersionsfarbstoffs der Formel

30

270 g Wasser 1000 g

35 Das bedruckte Material wird dann getrocknet und anschliessend 8 Minuten bei einer Temperatur von 175°C mit überhitztem Dampf unter Normaldruck behandelt. Danach wird wie üblich gespült und reduktiv gereinigt. Man erhält einen klaren blauen Druck auf schwarzem Grund.

40 Beispiel 3

Ein Gewebe aus Polyester wird mit einer wäßrigen Flotte, die 1,2 % des roten Dispersionsfarbstoffs der Formel

o.z. 0050/36914

3401500

1,5 % des blauen Dispersionsfarbstoffs der Formel

15 2,4 % des blauen Dispersionsfarbstoffs der Formel

20

05

1,0 % des orangefarbenen Dispersionsfarbstoffs der Formel

$$\begin{array}{c|c}
 & \text{C1} & \text{C2}^{\text{H}_4\text{CN}} \\
 & \text{C2}^{\text{H}_4\text{CN}} \\
 & \text{C2}^{\text{H}_5}
\end{array}$$

enthält, nach dem Auszieh-Verfahren 30 Minuten bei einer Temperatur von 120°C und einem pH-Wert im Bereich von 4,5 bis 5 gefärbt. Die so eingefärbte Ware wird anschliessend mit einer Druckpaste folgender Zusammensetzung bedruckt:

500 g Kernmehletherverdickung pH 7 (hergestellt durch Auflösen von 80 g Kernmehlether in 1000 g Wasser)

80 g Iminodimethansulfinsaures Natrium

10 g Anthrachinon

20 g Calciumhydroximethansulfinat (Teilchendurchmesser < 0,03 mm)

50 g Natriumthiocyanat

5 g Natriumsalz der Anthranilsäure

5 g des Natriumsalzes der Trichloressigsäure

10 g ölsäurediethanolsmid

60 g Polyethylenglykol (MG 300) 10

5 g m-mitrobenzolsulfonsaures Natrium

10 g des gelben Farbstoffs CI 47023

245 g Wasser

1000 g

15

The second secon

· And Andread Control of the Contr

05

Das bedruckte Material wird getrocknet und anschließend 12 Minuten bei einer Temperatur von 175°C mit überhitztem Dampf unter Normaldruck behandelt. Danach wird das Material wie üblich gespült und reduktiv nachgereinigt. Man erhält einen klaren gelben, konturenscharfen Druck auf schwar-20 zem Grund.

Beispiel 4

Ein Mischgewebe aus 65 % 2 1/2-Acetat und 35 % Polyamid wird mit einer 25 wäßrigen Flotte, die 5,5 % des blauen Dispersionsfarbstoffs der Formel

30
$$C_{2}^{N}$$
 $C_{2}^{H_{5}}$ $C_{2}^{H_{5}}$ $C_{2}^{H_{5}}$ $C_{2}^{H_{5}}$

1,5 % des gelben Dispersionsfarbstoffs CI 11855 und 1,25 % des roten Dispersionsfarbstoffs CI 11115 enthält, nach dem Ausziehverfahren bei 90°C 35 gefärbt. Das Gewebe wird danach gespült und getrocknet. Man erhält eine Schwarzfärbung, bei der die Farbstoffe fixiert sind. Auf die so gefärbte Ware wird mustergemäß eine Druckpaste folgender Zusammensetzung aufgebracht:

- 13 -

BASF Aktiengesellschaft

5.Z. 0050/36914

3401500

500 g Kernmehletherverdickung pH 7

(80 g Kernmehlether in 1000 g Wasser)

40 g Nitrilomethansulfinsaures Natrium

20 g Hexamethylentetramin

05 10 g Natriumthiocyanat

10 g Anthrachinon

15 g Calciumhydroximethansulfinat (Teilchendurchmesser <0,05 mm)

50 g Thiodiglykol

50 g roter Dispersionsfarbstoff CI 62015

10 305 g Wasser

1000 g

Das bedruckte Material wird getrocknet und anschließend 20 Minuten bei einer Temperatur von 102°C unter Normaldruck mit Sattdampf behandelt. 15 Danach wird es kalt gespült, bei 30 bis 40°C geseift, gespült und getrock-

net. Man erhält einen konturenscharfen, tiefrosa Druck auf schwarzem Fond.

Beispiel 5

20

Ein Gewebe aus Polyester wird, wie in Beispiel 1 beschrieben, mit einer Flotte geklotzt, die 50 g/l des blauen Farbstoffs der Formel

enthält. Nach dem Trocknen bei 90 bis 100°C wird mit einer Druckpaste 30 bedruckt, die folgende Zusammensetzung aufweist: 0.Z. 0050/36914

BASF Aktiengesellschaft

3401500

275 g Kernmehletherverdickung 8 Zig in Wasser

275 g Stärkeetherverdickung 10 Zig in Wasser

10 g Ölsäurediethanolamid

40 g Iminodimethansulfinsaures Natrium

30 g Polyethylenglykol des Molgewichts 300 05

20 g Calciumhydroximethausulfinat (Teilchendurchmesser <0,03 mm)

5 g Natriumsalz der Anthranilsäure

40 g Natriumsalz des Phenylglycins

10 g m-Nitrobenzolsulfonsaures Natrium

40 g des roten Farbstoffs der Formel 10

255 g Wasser 1000 g

15

Das bedruckte Material wird getrocknet und anschließend 10 Minuten bei 20 einer Temperatur von 170°C mit überhitztem Dampf unter Normaldruck behandelt. Danach wird das Material wie üblich gespült und reduktiv gereinigt. Man erhält einen konturenscharfen rosa Druck auf blauem Grund.